

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-143620  
(43)Date of publication of application : 04.06.1996

---

(51)Int.CI. C08F 4/658  
C08F 10/00

---

(21)Application number : 06-288153 (71)Applicant : UBE IND LTD  
(22)Date of filing : 22.11.1994 (72)Inventor : IGAI SHIGERU  
TAMURA MASANORI  
IKEUCHI HIROMICHI  
YAMASHITA JUN

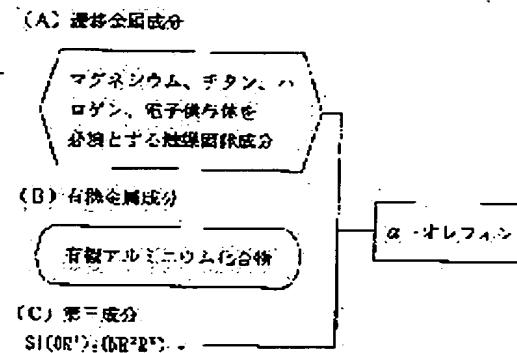
---

## (54) POLYMERIZATION OF ALPHA-OLEFIN

### (57)Abstract:

PURPOSE: To produce an  $\alpha$ -olefin polymer having high stereospecificity and high melt fluidity.

CONSTITUTION: This polymerization method of an  $\alpha$ -olefin is performed in the presence of a catalyst composed of [A] a catalyst solid component containing magnesium, titanium, a halogen element and an electron-donor as essential components, [B] an organic aluminum compound component and [C] an organic silicon compound expressed by the formula:  $\text{Si}(\text{OR}_1)_2(\text{NR}_2\text{R}_3)_2$  ( $\text{R}_1, \text{R}_2$  and  $\text{R}_3$  are each a 1-10C hydrocarbon group).



---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3443990

[Date of registration] 27.06.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

[decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-143620

(43)公開日 平成8年(1996)6月4日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 0 8 F 4/658  
10/00

識別記号 MFG

府内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1 O.L (全6頁)

(21)出願番号

特願平6-288153

(22)出願日

平成6年(1994)11月22日

(71)出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市西本町1丁目12番32号

(72)発明者 猪飼 滋

千葉県市原市五井南海岸8番の1 宇部興  
産株式会社千葉研究所内

(72)発明者 田村 雅範

千葉県市原市五井南海岸8番の1 宇部興  
産株式会社千葉研究所内

(72)発明者 池内 博通

千葉県市原市五井南海岸8番の1 宇部興  
産株式会社千葉研究所内

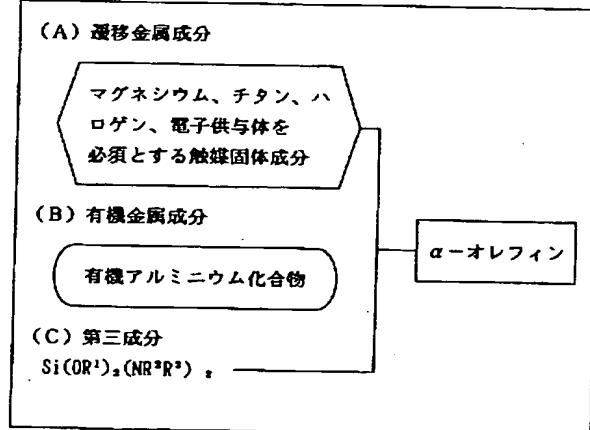
最終頁に続く

(54)【発明の名称】  $\alpha$ -オレフィンの重合方法

(57)【要約】

【構成】 [A] マグネシウム、チタン、ハロゲン元  
素、及び電子供与体を必須とする触媒固体成分、[B]  
有機アルミニウム化合物成分、及び[C] 一般式 $\text{Si}(\text{R}^1)^2(\text{NR}^2\text{R}^3)^2$  (式中、 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、及び $\text{R}^3$ は炭素数1  
~10の炭化水素基を示す。) で表わされる有機ケイ素化  
合物とからなる触媒の存在下に、 $\alpha$ -オレフィンを重合  
する方法。

【効果】 高立体規則性で且つ溶融流動性の高い $\alpha$ -オ  
レフィン重合体の製造方法を提供する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 [A] マグネシウム、チタン、ハロゲン元素、及び電子供与体を必須とする触媒固体成分、  
 [B] 有機アルミニウム化合物成分、及び [C]  
 一般式  $Si(OR^1)_2(NR^2R^3)_2$   
 (式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、及び $R^3$ は炭素数1~10の炭化水素基を示す。) で表わされる有機ケイ素化合物とからなる触媒の存在下に、 $\alpha$ -オレフィンを重合する方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、高活性触媒を用いて $\alpha$ -オレフィンを重合し、立体規則性及び溶融流動性の高い $\alpha$ -オレフィン重合体を製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術及びその問題点】 近年、 $\alpha$ -オレフィンを重合するために、マグネシウム、チタン、ハロゲン元素、及び電子供与体を必須とする触媒固体成分、周期律表I~III族金属の有機金属化合物、及び第三成分としての電子供与体からなる高活性触媒系が、特開昭57-63310号公報、特開昭58-83016号公報、特開昭59-58010号公報、特開昭60-44507号公報などに数多く提案されている。さらに、特開昭62-11705号公報、特開昭63-258907号公報、特開平4-370103号公報などには、第三成分として特定の有機ケイ素化合物を用いることを特徴とする重合触媒が開示されている。一般に、 $\alpha$ -オレフィン重合体を製造する場合には、ポリマーの溶融流動性を向上させるために、水素などの連鎖移動剤を使用し、ポリマーのメルトフローレイト(M.F.R.)を高める方法がとられている。

【0003】 しかし、上記の触媒系においては、通常、連鎖移動剤の水素使用量に対する生成ポリマーの溶融流動性の依存性が小さいため、溶融流動性を向上させるためには多量の水素を使用する必要がある。また、水素などの連鎖移動剤の使用量を増してポリマーの溶融流動性を向上させた場合、一般に、沸騰ヘブタン不溶分(H.I.)が大きく低下する。

【0004】 特開平2-84404号公報、特開平4-202505号公報には、第三成分の有機ケイ素化合物として、シクロペンチルアルキルジメトキシシラン、ジシクロペンチルジメトキシシラン、ジ(置換シクロペンチル)ジメトキシシランなどを用いた触媒系が開示されている。しかし、これらの触媒系はポリマーの溶融流動性の水素依存性が小さく、溶融流動性の高いポリマーを得る場合には不利となる。特に、バルク重合プロセスにおいて大量の水素を充填することは、装置耐圧上の問題がある。

【0005】 したがって、前記公報に記載されている各種の高活性触媒は、高活性でかつポリマーの立体規則性を向上させる優れた触媒であると言われているが、特に溶融流動性の高いポリマーを得る場合に、上記の欠点は

大きな問題となり、その解決が望まれている。

## 【0006】

【発明の目的】 本発明は、高活性触媒を用いて $\alpha$ -オレフィンを重合させて、立体規則性及び溶融流動性の高い $\alpha$ -オレフィン重合体を製造する方法を提供する。

## 【0007】

【問題点解決のための技術的手段】 本発明は、[A] マグネシウム、チタン、ハロゲン元素、及び電子供与体を必須とする触媒固体成分、[B] 有機アルミニウム化合物成分、及び [C] 一般式

$Si(OR^1)_2(NR^2R^3)_2$

(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、及び $R^3$ は炭素数1~10の炭化水素基を示す。) で表わされる有機ケイ素化合物とからなる触媒の存在下に、 $\alpha$ -オレフィンを重合する方法を提供する。

【0008】 本発明においては、成分[A]としてマグネシウム、チタン、ハロゲン元素、及び電子供与体を必須とする触媒固体成分を使用する。この触媒固体成分の製造方法は特に限定されず、例えば、特開昭54-94590号

20 公報、同56-55405号公報、同56-45909号公報、同56-163102号公報、同57-63310号公報、同57-115408号公報、同58-83006号公報、同58-83016号公報、同58-138707号公報、同59-149905号公報、同60-23404号公報、同60-32805号公報、同61-18330号公報、同61-55104号公報、特開平2-77413号公報、同2-117905号公報などに提案されている方法が採用できる。代表的な製造方法として、(1) 塩化マグネシウムなどのマグネシウム化合物、電子供与体、及び $TiCl_4$ などのハロゲン化チタン化合物を共粉碎する方法、(2) 溶媒にマグネシウム化合物及び電子供与体を溶解し、この溶液にハロゲン化チタン化合物を添加して触媒固体を析出させる方法などが挙げられる。

【0009】 成分[A]としては、特開昭60-152511号公報、同61-31402号公報、同62-81405号公報に記載の触媒固体成分が、本発明の効果を達成する上で特に好ましい。これら記載の製造方法によれば、ハロゲン化アルミニウムと有機ケイ素化合物を反応させ、さらにグリニヤール化合物を反応させて固体を析出させる。上記反応で使用することのできるハロゲン化アルミニウムは、無水のハロゲン化アルミニウムが好ましいが、吸湿性により40 完全に無水のものを用いることが困難であり、少量の水分を含有するハロゲン化アルミニウムも用いることができる。ハロゲン化アルミニウムの具体例としては、三塩化アルミニウム、三臭化アルミニウム、三沃化アルミニウムを挙げることができる。特に三塩化アルミニウムが好ましい。

【0010】 上記反応で使用される有機ケイ素化合物の具体例としては、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラブトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、エチルトリプトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリプトキシシラン、ジメチルジ

3

エトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、メチルフェニルジメトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、トリメチルモノエトキシシラン、トリメチルモノブトキシシランを挙げることができる。特に、メチルフェニルジメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジメチルジエトキシシランが好ましい。

【0011】ハロゲン化アルミニウムと有機ケイ素化合物の反応における化合物の使用量は、元素比 (Al/Si) で通常 0.4~1.5、好ましくは 0.7~1.3 の範囲であり、反応するに際しヘキサン、トルエンなどの不活性溶媒を使用することが好ましい。反応温度は通常 10~100 ℃、好ましくは 20~80 ℃ であり、反応時間は通常 0.2~5 時間、好ましくは 0.5~3 時間である。

【0012】上記反応で使用されるグリニヤール化合物の具体例としては、エチルマグネシウムクロライド、プロピルマグネシウムクロライド、ブチルマグネシウムクロライド、ヘキシルマグネシウムクロライド、オクチルマグネシウムクロライド、エチルマグネシウムプロマイド、プロピルマグネシウムプロマイド、ブチルマグネシウムプロマイド、エチルマグネシウムアイオダイドが挙げられる。グリニヤール化合物の溶媒としては、例えば、ジエチルエーテル、ジブチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジイソアミルエーテル等の脂肪族エーテル、テトラヒドロフランなどの脂肪族環状エーテルを使用することができる。

【0013】グリニヤール化合物の使用量は、前記ハロゲン化アルミニウムと有機ケイ素化合物の反応生成物の調製に使用されたハロゲン化アルミニウムに対する元素比 (Mg/Al) で通常 0.5~3、好ましくは 1.5~2.3 の範囲である。反応温度は通常 -50~100 ℃、好ましくは -20~50 ℃、反応時間は通常 0.2~5 時間、好ましくは 0.5~3 時間である。

【0014】ハロゲン化アルミニウムとケイ素化合物との反応、続いてグリニヤール化合物との反応において得られた白色系の固体を、電子供与体及びハロゲン化チタン化合物と接触処理する。接触処理の方法としては、(1) 固体をハロゲン化チタン化合物で処理した後、電子供与体で処理し、さらに再度ハロゲン化チタン化合物で処理する方法、および、(2) 固体をハロゲン化チタン化合物と電子供与体の共存下で処理した後、ハロゲン化チタン化合物で処理する方法、などの従来良く知られた方法が採用できる。例えば上記固体を不活性溶媒中に分散させ、これに電子供与体または/及びハロゲン化チタン化合物を溶解する、あるいは不活性溶媒を使用せずに電子供与体または/及び液状ハロゲン化チタン化合物の中に固体を分散させる。この場合、固体と電子供与体または/及びハロゲン化チタン化合物との接触処理を攪拌下、温度は通常 50~150 ℃、接触時間は特に制限はないが通常 0.2~5 時間で行うことができる。また、この接

4

触処理を複数回行うこともできる。

【0015】接触処理に使用できるハロゲン化チタン化合物の具体例としては、テトラクロロチタン、テトラブロモチタン、トリクロロモノブトキシチタン、トリブロモモノエトキシチタン、トリクロロモノイソプロポキシチタン、ジクロロジエトキシチタン、ジクロロジブトキシチタン、モノクロロトリエトキシチタン、モノクロロトリブトキシチタンを挙げることができる。特に、テトラクロロチタン、トリクロロモノブトキシチタンが好ましい。

【0016】上記の接触処理で使用する電子供与体としては、好ましくは芳香族エステル、特に、オルトフタル酸ジエステルが好ましい。ジエステルの具体例としては、オルトフタル酸ジエチル、オルトフタル酸ジイソブチル、オルトフタル酸ジベンチル、オルトフタル酸ジヘキシル、オルトフタル酸ジ-2-エチルヘキシル、オルトフタル酸ジ-n-ヘプチルが挙げられる。上記の接触処理の後に、一般には処理固体を処理混合物から分離し、不活性溶剤で充分洗浄して得られる固体を、本発明の触媒固体成分 [A] として  $\alpha$ -オレフィンの重合触媒として使用することができる。

【0017】本発明の成分 [B] としての有機アルミニウム化合物としては、アルキルアルミニウム、ハロゲノアルキルアルミニウムなどが使用できるが、アルキルアルミニウムが好ましい。特に好ましいのはトリアルキルアルミニウムであり、具体例としては、トリメチルアルミニウム、トリエチルアルミニウム、トリイソブチルアルミニウム、トリヘキシルアルミニウム、トリオクチルアルミニウムなどが挙げられる。前記有機アルミニウム化合物類はいずれも混合物としても使用することができる。また、アルキルアルミニウムと水との反応によって得られるポリアルミニノキサンも同様に使用することができる。 $\alpha$ -オレフィンの重合触媒として有機アルミニウム化合物の使用量は、触媒固体成分 [A] のチタンに対する元素比 (Al/Ti) で、0.1~500、好ましくは 0.5~150 である。

【0018】本発明の成分 [C] は、一般式  $Si(OR^1)_2(NR^2R^3)_2$  (式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、及び $R^3$ は炭素数 1~10 の炭化水素基を示す。) で表わされる有機ケイ素化合物である。

【0019】 $R^1$ 、 $R^2$ 、及び $R^3$ として好ましい炭化水素基は、炭素数 1~10 の不飽和あるいは飽和脂肪族炭化水素基であり、特に好ましくは炭素数 1~8 の不飽和あるいは飽和脂肪族炭化水素基である。具体例としてはメチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、t-ブチル、n-ベンチル、n-アミル、n-ヘキシル、イソアミル、シクロベンチル、シクロヘキシル、フェニル、オクチル基などが挙げられる。

【0020】その内、 $R^1$  として好ましいのはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、イソブチル基、 $R^2$  及び

5

$R^3$ として好ましいのはメチル、エチル、 $n$ -プロピル、イソプロピル、 $n$ -ブチル、 $t$ -ブチル基などが挙げられる。 $R^2$ 及び $R^3$ が同じであっても異なっていてもよい。

【0021】また、本発明の成分〔C〕の有機ケイ素化合物としては、ケイ素原子に結合している二個のアミノ基の $NR^2R^3$ が同じものである有機ケイ素化合物であっても、異なっている有機ケイ素化合物であってもよい。

【0022】具体的な化合物としては、ビス(ジエチルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(ジ- $n$ -プロピルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(ジイソプロピルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(ジ- $n$ -ブチルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(ジ- $t$ -ブチルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(ジエチルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジ- $n$ -プロピルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジイソプロピルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジ- $n$ -ブチルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジ- $t$ -ブチルアミノ)ジエトキシシランなど有機ケイ素化合物が挙げられる。

【0023】また、(ジエチルアミノ)(ジ- $n$ -プロピルアミノ)ジメトキシシラン、(ジイソプロピルアミノ)(ジ- $n$ -プロピルアミノ)ジメトキシシランなど有機ケイ素化合物が挙げられる。

【0024】また、ビス(メチルエチルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(メチル- $n$ -プロピルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(エチル- $n$ -プロピルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(エチルイソプロピルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(ジ- $n$ -ブチルアミノ)ジメトキシシラン、ビス(ジエチルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジ- $n$ -プロピルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジイソプロピルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジ- $n$ -ブチルアミノ)ジエトキシシラン、ビス(ジ- $t$ -ブチルアミノ)ジエトキシシランなどのが挙げられる。

【0025】成分〔C〕の使用量は、成分〔B〕のアルミニウムに対する成分〔C〕のシランの元素比(Si/Al)で0.01～1が好ましく、特に0.05～0.33が好ましい。

【0026】本発明においては、水素などの連鎖移動剤を使用することができる。所望の立体規則性(H.I.)及び溶融流動性(M.F.R.)を有する $\alpha$ -オレフィン重合体を製造するための水素の使用量は、重合方法及び重合条件によって、適宜決定することができるが、通常、水素分圧0.05～1.0の範囲である。

【0027】本発明において、 $\alpha$ -オレフィン重合時、各触媒成分の接触順序として特に制限はないが、成分〔C〕の有機ケイ素化合物と成分〔A〕の触媒固体だけが直接接触することはあまり好ましくない。

【0028】本発明で用いられる $\alpha$ -オレフィンとしては、プロピレン、1-ブテン、1-ヘキセン、4-メチルペンテノ-1、1-オクテンなどが挙げられる。本発明においては、上記 $\alpha$ -オレフィンの単独または共重合を行うこと

6

ができる、さらに上記 $\alpha$ -オレフィンとエチレンとの共重合を行うことができる。また、本発明においては、プロピレンを単独重合させ、ついでエチレン又はエチレンとプロピレンとの混合物を上記単独重合体の存在下に共重合させて、プロピレンのブロック共重合体を製造することができる。

【0029】本発明における重合法としては、ヘキサン、ヘプタン等の無極性溶媒を使用するスラリー重合法、モノマーを気体状態で触媒と接触させる気相重合法、あるいは液体状態のモノマーを溶媒としてその中で重合させるバルク重合法等が採用できる。重合圧力は1～200kg/cm<sup>2</sup>、好ましくは10～80kg/cm<sup>2</sup>、重合温度は通常10～100℃、好ましくは30～90℃、重合時間は通常0.1～10時間、好ましくは0.5～7時間の範囲である。

【0030】また、本発明では、オレフィンを前記の各種重合方法に従って予備重合してから、本重合を行うことが好ましい。予備重合は、本重合を行う前に、予め触媒固体成分〔A〕を、有機アルミニウム化合物成分

〔B〕及び有機ケイ素化合物成分〔C〕と接触処理し、20 固体の洗浄によって接触処理固体を調製することができる。さらに、触媒固体成分〔A〕又は前記の接触処理固体を用いて、有機アルミニウム化合物成分〔B〕及び有機ケイ素化合物成分〔C〕の存在下、限定された量の $\alpha$ -オレフィンを予備重合することもできる。接触処理固体を用いる場合は、予備重合において有機ケイ素化合物成分〔C〕を省くことができる。これらの接触処理固体、予備重合固体、あるいは予備重合の後に固体を洗浄したものを本重合に用いることによって、触媒固体当たりの重合活性及びポリマーの立体規則性を向上させることができる。

【0031】本発明においては、前記の接触処理固体あるいは予備重合固体を、本重合における触媒固体成分として用いる場合は、本重合において有機ケイ素化合物成分〔C〕を省くことができる。

【0032】本発明の接触処理としては、成分〔A〕、成分〔B〕及び成分〔C〕を混合し、通常、0～100℃、0.1～10時間反応する。各成分の混合順序は、特に限定されないが、通常、成分〔A〕、成分〔B〕、成分〔C〕の順が好ましい。接触処理した後に、不活性炭化40 水素溶媒で固体を洗浄、口過、分離して、予備重合あるいは本重合で触媒固体成分として用いる。

【0033】本発明における予備重合は、気相法、スラリー法、塊状法などで行うことができる。予備重合において得られた固体は分離してから本重合に用いる、あるいは、分離せずに本重合を続けて行うことができる。

【0034】予備重合時間は通常0.1～10時間であり、触媒固体成分1g当たり0.1～100gの予備重合体が生成するまで予備重合を続けることが好ましい。触媒固体成分1g当たり0.1g未満であると本重合活性が充分でなく触媒残渣が多くなり、 $\alpha$ -オレフィン重合体の立体規則性も

充分でない。また、100gを越えると、 $\alpha$ -オレフィン重合体の結晶性が低下する傾向がある。予備重合温度は、0～100°C、好ましくは10～90°Cで各触媒成分の存在下に行う。50°Cを越えるような高い温度で予備重合を行う場合は、 $\alpha$ -オレフィン濃度を小さくするか、重合時間を短くすることが好ましい。そうでないと触媒固体成分1g当たり0.1～100gの予備重合体の生成を制御することが困難であり、また、本重合で得られる $\alpha$ -オレフィン重合体の結晶性が低下する。

【0035】予備重合での有機アルミニウム成分の使用量は、通常、触媒固体成分のチタン原子に対してAl/Tiモル比が0.5～1000、好ましくは1～100である。シリケート化合物の使用量は、通常有機アルミニウム化合物成分のアルミニウム原子に対してSi/Alモル比が0.01～

1、好ましくは0.1～0.5である。また予備重合に、必要に応じて水素を共存させることができる。

#### 【0036】

【発明の効果】本発明における触媒を用いて $\alpha$ -オレフィンを製造した場合に、活性が高く、ポリマーの立体規則性が高く、且つ溶融流動性が大きい $\alpha$ -オレフィン重合体を与えることができる。

【0037】【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。

【0038】実施例において、「重合活性」とは、触媒固体成分1g当たりの生成ポリマーの収量(g)である。立体規則性(H.I.)は、熱ヘプタンで20時間抽出した重合体残部の割合(%)を示す。

【0039】溶融流動性(M.F.R.)はASTM D-1238に従って測定した230°C、2.16kgの荷重下、10分間の溶融重合体の重量(g)を表す。

#### 【0040】実施例1～4

##### (1) 触媒固体成分[A]の調製

無水塩化アルミニウム15ミリモルをトルエン40mlに添加し、次いで、メチルトリエトキシシラン15ミリモルを攪拌下に滴下し、滴下終了後25°Cで1時間反応させた。反応生成物を-5°Cに冷却した後、攪拌下にブチルマグネシウムクロライド30ミリモルを含むジイソプロピルエーテル18mlを30分間で反応生成物に滴下し、反応溶液の温度\*

\*を-5～0°Cの範囲内に保った。滴下終了後徐々に昇温し、30°Cで1時間反応を続けた。析出した固体を濾別し、トルエン及びn-ヘプタンで洗浄した。次に、得られた固体4.9gをトルエン30mlに懸濁させ、この懸濁液に四塩化チタン150ミリモル、フタル酸ジ-n-ヘプチル3.3ミリモルを添加し、攪拌下に90°Cで1時間反応させた。同温度で固体を濾別し、トルエン、次いでn-ヘプタンで洗浄した。さらに、再度固体をトルエン30mlに懸濁させ、四塩化チタン150ミリモルを添加し、攪拌下に90°Cで1時間反応させた。同温度で固体を濾別し、固体をトルエン次いでn-ヘプタンで洗浄した。得られた触媒固体成分中のチタン含有量は3.55重量%であった。この固体をヘプタン80mlに懸濁し触媒固体成分のヘプタンスラリーを調製した。

#### 【0041】(2) プロピレンの重合

攪拌機付の内容積2Lのオートクレーブ内に触媒固体成分のヘプタンスラリー(触媒固体成分として7.9mg)を封入した硝子アンプルを取りつけた後、オートクレーブ内を窒素で置換した。次に、トリエチアルミニウム

20 2.1ミリモル含有するn-ヘプタン溶液2.1mlをオートクレーブに仕込んだ。さらに、第三成分として表1記載の有機ケイ素化合物0.35ミリモル含有するn-ヘプタン溶液1.74mlを仕込んだ。続いて、表2記載の水素を導入後、液体プロピレン1200ml導入してオートクレーブを振とうした。オートクレーブを10°Cに冷却し、攪拌開始とともに触媒固体成分の入った硝子アンプルを破碎し、10分間予備重合した。引き続きオートクレーブ内を70°Cに昇温し、70°Cで1時間重合を行った。重合終了後、未反応プロピレンガスを放出し、重合体を50°Cで20時間減圧乾燥して、白色の粉末状ポリプロピレンを得た。重合活性および重合体の特性についての測定結果を表2に示す。

#### 【0042】比較例1～4

成分[C]としてシクロヘキシルメチルジメトキシシランを用い、水素の使用量(Kg/cm<sup>2</sup>)を表2に示した様にした以外は、実施例1と同様にして行った。重合活性および重合体の特性についての測定結果を表2に示す。

#### 【0043】

#### 【表1】

実施例	成分[C]
1～3	ビス(ジエチルアミノ)ジメトキシシラン
4	ビス(2-アミノ)ジメトキシシラン

#### 【0044】

#### 【表2】

実施例	水素 (kg/cm <sup>3</sup> G)	重合活性 (kgPP/g-cat-hr)	H.I (%)	M.I (g/10分)
1	0.5	30.4	97.0	16.0
2	1	34.5	96.1	56.9
3	2	35.6	94.4	199
4	2	23.9	87.5	284

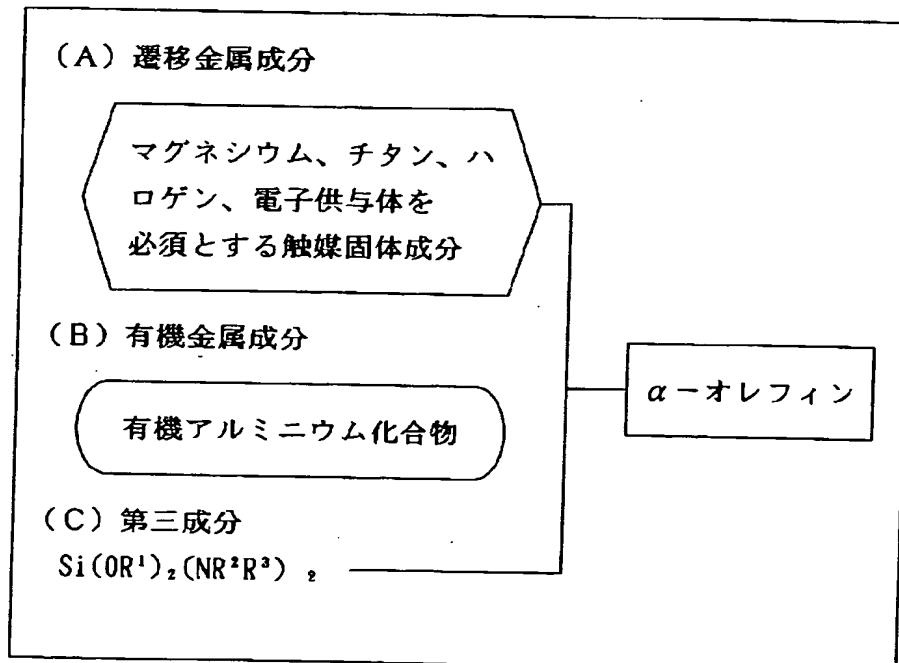
比較例				
1	0.5	36.8	97.5	7.7
2	2	41.0	95.4	37.6
3	4	40.0	93.9	101
4	4.5	41.1	92.4	148

【図面の簡単な説明】

すフローチャートである。

【図1】本発明の触媒成分の調製工程及び重合方法を示

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 山下 純

千葉県市原市五井南海岸8番の1 宇部興

産株式会社千葉研究所内